

1/7/5

DIALOG(R)File 350:Derwent WPIX

(c) 2006 Thomson Derwent. All rts. reserv.

002572445

WPI Acc No: 1980-90464C/198051

Transparent detergent bars - contg. salt of basic amino acid and
n-acylated acidic amino acid

Patent Assignee: AJINOMOTO KK (AJIN); KAWAKEN FINE CHEM CO LTD (KAWF)

Inventor: NAGASHIMA T; OGAWA T; TAKEHARA M; USUBA Y

Number of Countries: 004 Number of Patents: 007

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Week
DE 3020649	A	19801210			198051	B
JP 55160096	A	19801211			198108	
FR 2457891	A	19810130			198112	
US 4273684	A	19810616			198127	
JP 56112997	A	19810905			198142	
JP 84000550	B	19840107			198405	
JP 84019596	B	19840507			198422	

Priority Applications (No Type Date): JP 8015555 A 19800213; JP 7966788 A
19790531

Abstract (Basic): DE 3020649 A

Transparent detergent bars (or other shaped articles) contain a
salt (I) formed from a basic amino acid (II) and a N-acylated optically
active acidic amino acid (II) contg. a long-chain acyl gp. (I) pref.
comprises 1 mole of (III) and 1-2 moles of (II). (II) is pref. L- or
D-lysine, -arginine or ornithine, and (III) is pref. a N-acylated L- or
D-aspartic, -glutamic, -cysteic or -homocysteic acid deriv. contg. an
acyl gp. derived from a 10-20C satd. or unsatd. fatty acid. Loss of
transparency can be inhibited by adding urea, pref. in an amt. such
that the (I):urea wt. ratio is 95:5 to 50:50. The bars are non-alkaline
and non-irritant, have good foaming and detergency properties even in
hard water, and impart a soft, smooth feel to the skin.

Derwent Class: D21; D25; E16

International Patent Class (Additional): C11D-001/10; C11D-003/32;
C11D-011/00; C11D-017/00

⑬ 日本国特許庁 (JP)
⑭ 公開特許公報 (A)

⑮ 特許出願公開
昭55-160096

⑯ Int. Cl.³
C 11 D 1/10

識別記号

庁内整理番号
7419-4H

⑰ 公開 昭和55年(1980)12月12日

発明の数 1
審査請求 未請求

(全 6 頁)

⑱ 新規な透明固形洗淨剤

川越市大字天沼新田 7 丁目 5 番地

⑲ 特 願 昭54-66788

⑳ 発 明 者 竹原将博

㉑ 出 願 昭54(1979)5月31日

藤沢市片瀬山 3-3-9

㉒ 発 明 者 長島徹也
埼玉県入間郡越生町越生699番地

㉓ 出 願 人 川研フラインケミカル株式会社
東京都中央区日本橋小舟町 6-6

㉔ 発 明 者 薄羽恭謙
東京都葛飾区亀有 3 丁目 39 番地の 8

㉕ 出 願 人 味の素株式会社
東京都中央区京橋一丁目 5 番 8 号

㉖ 発 明 者 小川孝久

㉗ 代 理 人 弁理士 後藤道生

明 細 書

1. 発明の名称

新規な透明固形洗淨剤

2. 特許請求の範囲

- (1) N-長鎖アシル-光学活性酸性アミノ酸 1 モルに塩基性アミノ酸 1 乃至 2 モルを作用させて得られる N-長鎖アシル-光学活性酸性アミノ酸-塩基性アミノ酸塩を基剤として成型したことを特徴とする透明固形洗淨剤。
- (2) N-長鎖アシル-光学活性酸性アミノ酸-塩基性アミノ酸塩のアシル基が、炭素数 10 ないし 20 の飽和または不飽和の脂肪族炭基である特許請求の範囲第 1 項記載の透明固形洗淨剤。
- (3) N-長鎖アシル-光学活性酸性アミノ酸-塩基性アミノ酸塩の光学活性酸性アミノ酸が、アスパラギン酸、グルタミン酸、システイン酸およびホモシステイン酸から選ばれる少なくとも 1 種の L 体または D 体である特許請求の範囲第 1 項記載の透明固形洗淨剤。

- (4) N-長鎖アシル-光学活性酸性アミノ酸-塩基性アミノ酸塩の塩基性が、リジン、アルギニンおよびオルニチンから選ばれる少なくとも 1 種の L 体または D 体である特許請求の範囲第 1 項記載の透明固形洗淨剤。

3. 発明の詳細な説明

本発明は透明固形洗淨剤に關し、詳しくは N-長鎖アシル-光学活性酸性アミノ酸の塩基性アミノ酸塩を基剤として成型した新規な透明固形洗淨剤に關するものである。

従来透明固形洗淨剤は固形洗淨剤を基剤とし、砂糖、グリセリン、ソルビトール、プロピレングリコール等のサッカロイド類またはポリオール類を透明化剤として使用し、これらを水-低級アルコール類に加熱溶解して粉に混入して固形化するいわゆる粉練り法により製造されているのが通例である。しかしながらこのようにして製造された透明洗淨剤は、透明であるために高粘度を与え、品価値の高いものであるが、本質的には通常の

不透明な脂肪酸石けんと異なり、石けん中の遊離アルカリや使用時の加水分解によるpH上昇等によつて起る皮膚への刺激、硬水中での泡立ちの悪さ、使用時の石けんカスの生成等の欠点が避けられない。

このような脂肪酸石けんにみられる欠点を有せず、皮膚に対して温和でソフトな感触を有し、しかも形体保持性、洗浄力の優れた合成固形洗淨剤として、N-長鎖アシル酸性アミノ酸塩を基剤とした固形洗淨剤が挙げられ市販されているが、外観的には不透明なものである。

脂肪酸石けんを基剤としこれにN-長鎖アシル酸性アミノ酸モノナトリウム塩を添加剤として配合した透明な脂肪酸石けんを製造する試みは既になされているが(特開昭51-24606号公報)、N-長鎖アシル酸性アミノ酸塩を基剤とし、商品価値を高めた透明固形洗淨剤については従来全く知られていない。そこで本発明者等は脂肪酸石けんを基剤と

(3)

またN-長鎖アシル-光学活性酸性アミノ酸の中和に用いる塩基性アミノ酸は、リジン、アルギニンおよびオルニチンから選ばれる少なくとも1種で、これらの塩基性アミノ酸は光学活性体、ラセミ体のいずれでもよいが、ラセミ体の場合は透明性が若干低下する傾向がある。

塩基性アミノ酸による中和度はN-長鎖アシル-光学活性酸性アミノ酸に対して1.0当量ないし2.0当量(N-長鎖アシル-光学活性酸性アミノ酸1モルに対して塩基性アミノ酸1モルないし2モル)で、中和度が1.0当量未満では透明度および泡立ちが劣り、他方2.0当量を超える場合には泡立ちが劣つたり硬さが充分でなかつたり、場合によつては経時的に褐色することもあるので、好ましくない。

本発明の透明固形洗淨剤の基剤であるN-長鎖アシル-光学活性酸性アミノ酸-塩基性アミノ酸塩において、長鎖アシル基は炭素数

(5)

特開昭55-160096(2)
せずにN-長鎖アシルアミノ酸塩を基剤とした透明な固形洗淨剤を開発すべく鋭意研究した結果、特定のN-長鎖アシル酸性アミノ酸塩を用いればよいことを見だし本発明を完成するに至つた。

すなわち本発明はN-長鎖アシル-光学活性酸性アミノ酸1モルに塩基性アミノ酸1乃至2モルを作用させて得られるN-長鎖アシル-光学活性酸性アミノ酸の塩基性アミノ酸塩を基剤として成型したことを特徴とする透明固形洗淨剤である。

本発明の透明固形洗淨剤の基剤として用いられるN-長鎖アシル-光学活性酸性アミノ酸の塩基性アミノ酸塩において、その光学活性酸性アミノ酸はアスパラギン酸、グルタミン酸、システイン酸およびホモシステイン酸から選ばれた少なくとも1種のD体またはL体である。これに対し酸性アミノ酸成分がラセミ体である場合には、透明性が劣り良好な透明固形洗淨剤を得ることができない。

(4)

10ないし20の飽和または不飽和の脂肪酸残基で、とくに炭素数10ないし16の飽和脂肪酸残基及び炭素数16ないし18の不飽和脂肪酸残基の場合に透明度がすぐれている。

本発明の透明固形洗淨剤には従来透明石けんの製造に用いられているグリセリン、ジグリセリン、エチレングリコール、プロピレングリコール、ソルビト等の多価アルコール類や、ブドウ糖、果糖、シロ糖などの透明化剤および香料、着色料などの補助剤を適宜添加することができる。さらに洗浄性や泡立ちを調整する目的で他種のアニオン界面活性剤、両性界面活性剤、非イオン界面活性剤を透明性を阻害しない範囲で添加することは何等支えない。これらのものには脂肪酸石けん、高級アルコール硫酸エステル塩、ポリオキシエチレン高級アルコール硫酸エステル塩、高級アルコールリン酸エステルおよびその塩、ポリオキシエチレン高級アルコールリン酸エステルおよびその塩、ポリオキシエチレン高

(6)

高級脂肪リン酸エステルおよびその塩、スルホン化高級脂肪酸塩、スルホン化高級脂肪酸アルコールエステル塩、高級アルコールスルホコハク酸エステル塩、イセチオン酸高級脂肪酸エステル塩、 α -スルホ高級アルコール酢酸エステル塩、ラウリン酸ジエタノールアミド、ステアリン酸ジエタノールアミド、ラウリン酸モノエタノールアミド、ステアリン酸モノエタノールアミドなどの高級脂肪酸とアルキロールアミンとの縮合物およびそのエチレンオキサイド付加物、ポリオキシエチレン高級脂肪酸モノエタノールアミドリン酸エステル、 N -長鎖アシル酸性アミノ酸塩（塩基性アミノ酸塩以外の塩例えばアルカリ金属塩、アンモニウム塩、アルカノールアミン塩等）、 N -長鎖アシルザルコシン塩、 N -長鎖アシル- N -アルキル- β -アラニン塩などの N -長鎖アシルアミノ酸塩、 N -アシルペプチド、ラウリルアミノプロピオン酸などの高級アルキルアミノプロピオン酸塩、ラ

(7)

リ法により製造するには、エタノール等の低級アルコールと水の混合溶媒に N -長鎖アシル-光学活性酸性アミノ酸-塩基性アミノ酸塩と必要に応じて他の添加剤を溶解させ、これを型に注入して冷却固化させた後切斷、乾燥、成型する通常の練り石けんの製造方法を適用すればよい。この際にエタノール等の低級アルコールと水の混合比率は1:0.5ないし1:3が好ましく、又溶液中の N -長鎖アシル-光学活性酸性アミノ酸-塩基性アミノ酸塩等の濃度は40ないし75重量%（混合溶媒が25ないし60重量%）が好ましい。更に溶解を迅速かつ完全にするために70~85℃に加熱することが好ましい。練り法を採用して本発明の目的とする透明固形洗淨剤を製造する際の乾燥日数は通常透明石けんの場合と同様に約30日ないし60日を要すればよい。

又機械練り法で製造するには、 N -長鎖アシル-光学活性酸性アミノ酸-塩基性アミノ

(9)

特開昭55-160096(3)

ウリルイミノ酢酸塩などの高級アルキルイミノ酢酸塩、高級アルキルジメチルベタイン、高級アルキルジヒドロキシエチルベタイン、 N -アルキロイル- N' -(2-ヒドロキシエチル)- N'' -カルボキシメチルエチレンジアミン塩、 N -アルキロイル- N -(2-ヒドロキシエチル)- N 、 N -ビスカルボキシメチルエチレンジアミンなどのアミンアミド化合物などがあげられるがこれらに限定されることはない。

脂肪石けんを基剤とした透明石けんの製造には主として練り法が採用され、透明性のすぐれたものが得られるが、機械練り法では半透明なものしか得られず市場ではごく一部しかみられないのが現状である。然るに本発明の透明固形洗淨剤は練り法ばかりでなく機械練り法によつても透明度のすぐれた固形洗淨剤を得ることができるのが大きな特徴である。

本発明の目的とする透明固形洗淨剤を練り

(8)

法に必要に応じて添加剤を加えたものに水を加え、これをロールおよびまたはベレタイザーで混練した後押出し型打ちすればよい。加える水の量は塩基性アミノ酸による中和度が1.0~1.5当量のときは5~25重量%、1.6~2.0当量のときは5~35重量%であればよい。

このようにして得られた本発明の透明固形洗淨剤は次のようなすぐれた性能と利点がある。

1. 使用時のpHが弱酸性ないし中性であるため、石けんではアルカリ性が強く使用できない体質の人でも使用することができる。
2. 硬水に対して良好な起泡力および洗淨力を示す。
3. 無刺激性で皮膚を荒らさず使用時の皮膚にしつとりとした感触を与える。
4. 練り法ばかりでなく、機械練り法でも製造することができるので生産性が高い。

以下実施例によつて本発明をさらに詳細に説明する。例中の“部”はすべて重量部であ

(10)

る。なお例中の各試験は次のようにして行なつた。

(1) 透明性試験

厚さ20mmの透明固型洗淨剤を活字の上で置き、はつきり判読できる文字が26ポイントより小さいものを○、26ポイントより大きいものを△、ポイント活字をまったく判読できないものを×とした。

(2) 泡立ち試験

20名の成人(男10名、女10名)に約40ccの温水で手洗い試験を行わせ、固形洗淨剤の泡立ちが市販透明石けんと比較して同等の場合0、これよりすぐれている場合+1、劣る場合-1の評節点数をつけて20名の評節点数の合計に従つて次のように判定した。

-20~-11...×
-10~0...△
1~10...○

(3) pHの測定

(11)

(12)

	pH	泡立ち	透明性	M-長鎖アルキル性アミノ酸-塩基性アミノ酸塩(中和度)
1	5.0	○	4	M-ヤン酸アミノ酸-L-グルタミン酸-L-リジン塩(1.0当量中和)
2	5.4	○	○	M-ラクロイル-D-グルタミン酸-D-リジン塩(1.5当量中和)
3	5.5	○	○	M-ミリスチル-L-グルタミン酸-L-アラニン塩(1.5当量中和)
4	6.5	○	○	M-混合脂肪酸アミノ酸-L-グルタミン酸-L-オキシチン塩(2.0当量中和)
5	7.6	4	○	M-ラクロイル-L-アスパラギン酸-L-リジン塩(1.8当量中和)
6	5.2	○	4	M-ラクロイル-L-グルタミン酸-DL-リジン塩(1.5当量中和)
7	5.4	○	○	M-ヤン酸アミノ酸-DL-グルタミン酸-L-リジン塩(1.0当量中和)
8	5.0	○	×	M-ミリスチル-L-グルタミン酸-L-アラニン塩(0.8当量中和)
9	5.8	×	○	M-混合脂肪酸アミノ酸-L-グルタミン酸-L-オキシチン塩(2.2当量中和)
10	8.3	×	×	M-ラクロイル-DL-アスパラギン酸-DL-リジン塩(1.8当量中和)
11	5.2	○	×	M-ラクロイル-DL-アスパラギン酸-DL-リジン塩(1.8当量中和)

特開昭55-160096(4)
各固形洗淨剤の1%水溶液の40ccにおけるpHをガラス電極pH計で測定した。
実施例1~6,比較例1~4

第1表に示される各種のM-長鎖アルキル性アミノ酸-塩基性アミノ酸塩50部をエタノール20部と水30部の混合溶媒に加え、80~85℃で加熱溶解して透明な溶液とし、これを枠に流し込んで冷却固化した後、抜きだして30日間室内で乾燥した。次いで、常法により足踏式型打ち機で成型し、透明性、泡立ちおよびpHを測定した。その結果を第1表に示す。

但し第1表中実施例4,比較例3の混合脂肪酸はヤン脂肪酸15%と半硬化牛脂肪酸85%よりなる混合脂肪酸である。

第1表の結果より、M-長鎖アルキル性アミノ酸-塩基性アミノ酸塩の陰性アミノ酸が光学活性体で、塩基性アミノ酸による中和度が1.0~2.0当量のときに透明性及び泡立ちのすぐれた固形洗淨剤が得られることが了解されよう。

実施例7~13,比較例5~9

第2表に示した各種のM-長鎖アルキル性アミノ酸-塩基性アミノ酸塩80部に水20部を加え、小型ローラーで充分混練した後口金を40ccに保つた小型石けん押出機で押出して棒状洗淨剤を足踏式型打ち機で成型した。得られた固形洗淨剤について透明性、泡立ちおよびpHを測定した。その結果を第2表に示した。

(14)

表 2

実施例	比較例	N-長鎖アシル酸性アミノ酸-塩基性アミノ酸塩(中和)	透明性	色立ち	pH
7	5	N-ヤシ脂肪酸アシル-L-グルタミン酸-L-リジン塩(1.0当量中和)	○	○	5.0
8	6	N-ラウロイル-L-グルタミン酸-L-リジン塩(1.5当量中和)	○	○	5.4
9	7	N-ミリスチル-L-グルタミン酸-L-リジン塩(1.5当量中和)	○	○	6.5
10	8	N-混合脂肪酸アシル-L-グルタミン酸-L-リジン塩(2.0当量中和)	○	○	7.6
11	9	N-ラウロイル-L-アスパラギン酸-L-リジン塩(1.8当量中和)	○	○	5.2
12	8	N-ラウロイル-L-グルタミン酸-L-リジン塩(1.9当量中和)	○	○	7.5
13	9	N-ラウロイル-L-グルタミン酸-DL-リジン塩(1.5当量中和)	○	○	5.4
		N-ヤシ脂肪酸アシル-DL-グルタミン酸-L-リジン塩(1.0当量中和)	×	×	5.0
		N-ミリスチル-L-グルタミン酸-L-リジン塩(0.8当量中和)	×	×	5.8
		N-混合脂肪酸アシル-L-グルタミン酸-L-リジン塩(2.2当量中和)	○	×	8.3
		N-ラウロイル-DL-アスパラギン酸-DL-リジン塩(1.8当量中和)	×	×	5.2
		N-ラウロイル-DL-グルタミン酸-L-リジン塩(2.3当量中和)	×	×	8.8

特開昭55-160096(5)

但し第2表中実施例10、比較例7の混合脂肪酸はヤシ油脂脂肪酸15%と半硬化牛脂脂肪酸85%よりなる混合脂肪酸である。

第2表の結果から明らかなように、N-長鎖アシル酸性アミノ酸-塩基性アミノ酸塩の酸性アミノ酸がラセミ体でなく光学活性体で、しかも中和度が1.0~2.0当量のときに透明性および色立ちがすぐれ好ましい透明固形洗淨剤が得られる。

以下実施例14~18は仲練り法により、実施例19~22は機械練り法によつて前記それぞれの実施例に準じて透明固形洗淨剤を製造した。

実施例14.

- ・N-ヤシ脂肪酸アシル-L-グルタミン酸-L-リジン塩(1.7当量中和) 4.9部
- ・砂糖 22.7
- ・水 16.7
- ・エタノール 13.7
- ・色素 適量

(16)

実施例15.

- ・N-ラウロイル-L-グルタミン酸-L-リジン塩(2.0当量中和) 4.0部
- ・N-ステアロイル-L-グルタミン酸-L-リジン塩(2.0当量中和) 1.0部
- ・マルビット 1.0g
- ・水 2.4g
- ・エタノール 1.6g
- ・香料 適量

実施例16.

- ・N-ミリスチル-L-グルタミン酸-L-アルギニン塩(1.5当量中和) 4.5部
- ・エチレングリコール 1.8g
- ・ラウリン酸ジエタノールアミド 5g
- ・水 1.7g
- ・エタノール 1.5g

実施例17.

- ・N-パルミトイル-L-グルタミン酸-L-オルニチン塩(1.2当量中和) 4.0部
- ・ジグリセリン 2.0g

(17)

- ・ヤシ脂肪酸ナトリウム塩 6部
- ・水 2.0g
- ・エタノール 1.4g

実施例18.

- ・N-パルミトイル-L-グルタミン酸-L-リジン塩(1.9当量中和) 4.0部
- ・N-ラウロイル-L-グルタミン酸モノナトリウム塩 3部
- ・グリセリン 1.8g
- ・水 2.3g
- ・エタノール 1.6g

実施例19.

- ・N-ヤシ脂肪酸アシル-L-グルタミン酸-L-リジン塩(1.8当量中和) 6.0部
- ・N-混合脂肪酸アシル-L-グルタミン酸-L-リジン塩(2.0当量中和) 2.7部
- ・グリセリン 3g
- ・水 1.0g
- ・香料 適量

但し上記混合脂肪酸はヤシ油脂脂肪酸15%と半

(18)

硬化牛脂脂肪酸85%よりなる混合脂肪酸である。

実施例20.

・N-ミリスチル-L-グルタミン酸-L-アルギニン塩(1.8当量中和)	40部
・N-ラウロイル-L-アスパラギン酸-L-オルニチン塩(2.0当量中和)	18部
・砂糖	5g
・プロピレングリコール	2g
・水	35g
・色素	適量

実施例21.

・N-パルミトイル-L-グルタミン酸-L-リジン塩(1.4当量中和)	50部
・N-ラウロイル-L-システイン酸-L-アルギニン塩(1.0当量中和)	6部
・N-オレオイル-L-グルタミン酸-L-リジン塩(1.2当量中和)	32部
・ラウリン酸ジエタノールアミド	5g
・ラウロイルザルコジナトリウム	2g
・水	5g

(19)

実施例1～22の各透明固形洗淨剤はいずれも軟水のみならず、硬水中でも泡立ちがよく、洗淨性も良好で、使用にあつては適度に附けるが附け崩れが少なく、使用後の皮膚にしつとりとした感觸を与え、刺激が少ないことが認められた。

特許出願人 川研フアインケミカル株式会社
味の素株式会社

代理人 後 藤 道 生

(21)

特開昭55-160096(6)

・香料 適量

実施例22.

・N-ステアロイル-L-グルタミン酸-L-リジン塩(1.5当量中和)	50部
・N-ヤシ脂肪酸アシル-L-グルタミン酸-L-オルニチン塩(1.3当量中和)	24部
・ラウリン酸ナトリウム	3g
・ジグリセリン	3g
・砂糖	5g
・水	15g

実施例14～22の各透明固形洗淨剤の透明性及び泡立性試験の結果を第3表に示した。

第 3 表

	実 施 例									
	14	15	16	17	18	19	20	21	22	
透明性	○	○	○	△	○	○	○	△	○	
泡立ち	○	△	○	○	△	○	△	○	○	

(20)

昭 57 12.27

特許法第17条の2の規定による補正の掲載

手 続 補 正 書

昭和57年10月18日

特許庁長官 若 杉 和 夫 殿

昭和54年特許願第 66788 号(特開昭
55-160096 号 昭和55年12月12日
発行 公開特許公報 55-1601 号掲載)につ
いては特許法第17条の2の規定による補正があっ
たので下記のとおり掲載する。 3(3)

Int. Cl.	識別記号	庁内整理番号
C11D 1/10		7419-4H

1. 事件の表示 昭和54年特許願第66788号

2. 発明の名称 新規な透明固形洗淨剤

3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

住 所 東京都中央区日本橋小舟町6-6

名 称 川研フラインケミカル株式会社

代表者 小 松 信 一 郎

住 所 東京都中央区京橋1丁目5番8号

名 称 (006) 味の素株式会社

代表者 ~~渡辺 実 隆~~

寺 田 義 之 士

4. 代 理 人 平104

住 所 東京都中央区八重洲2丁目6番5号

八重洲5の5ビル電話東京(271) 3828

氏 名 (7352) 弁護士 後 藤 達 生

5. 補正の対象 明細書の発明の更なる説明の欄

6. 補正の内容

明細書第8頁第6～8行目に記載の「N-アル
キロイル-N-(2-ヒドロキシエチル)-N、
N-ビスカルボキシメチルエチレンジアミン」を
「N-アルキロイル-N-(2-ヒドロキシエチ
ル)-N', N'-ビスカルボキシメチルエチレンジ
アミン」と補正する。